

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-047887

(43)Date of publication of application : 12.02.2004

(51)Int.Cl.

H01L 21/31  
C23C 16/54

(21)Application number : 2002-205695

(71)Applicant : ASM JAPAN KK

(22)Date of filing : 15.07.2002

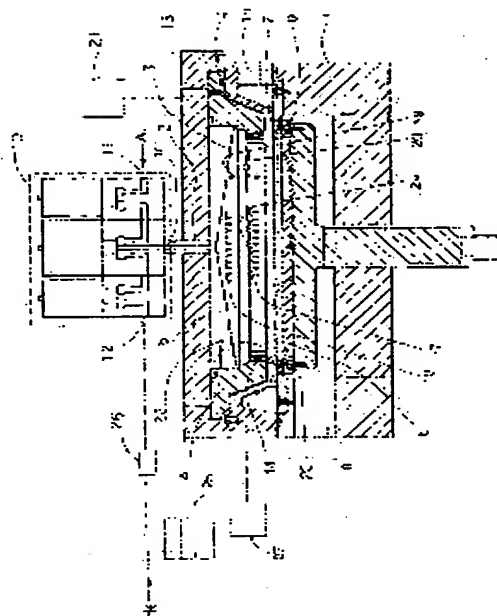
(72)Inventor : SHIMIZU AKIRA  
FUKUDA HIDEAKI  
KANAYAMA HIRONORI

## (54) SHEET-FED CVD DEVICE

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a CVD device which stably evaporates and supplies a liquid material of low thermal stability with low steam pressure.

**SOLUTION:** The sheet-fed CVD device for forming a film on an object to be treated comprises, a reaction chamber, a susceptor which is disposed in the chamber for mounting the object thereon, a shower plate which is disposed in parallel with and opposite to the susceptor for injecting a reactant gas toward the object, an orifice which is provided passing through the ceiling of the reaction chamber for introducing the liquid material and carrier gas into the reaction chamber, an evaporator plate means which is disposed in a space between the ceiling of the reaction chamber and the shower plate for evaporating the liquid material, and a temperature control mechanism for controlling each of the shower plate and the evaporator plate means at a given temperature.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

22.04.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

BEST AVAILABLE COPY

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-47887

(P2004-47887A)

(43) 公開日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>H01L 21/31  
C23C 16/54

F1

H01L 21/31  
C23C 16/54

B

テーマコード(参考)

4K030  
5F045

審査請求 未請求 請求項の数 8 OL (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願2002-205695 (P2002-205695)

(22) 出願日

平成14年7月15日(2002.7.15)

(71) 出願人 000227973

日本エー・エス・エム株式会社  
東京都多摩市永山6丁目23番1

(74) 代理人 100069899

弁理士 竹内 澄夫

(74) 代理人 100096725

弁理士 堀 明▲ひこ▼

(72) 発明者 清水 亮

東京都多摩市永山6丁目23番1 日本エー・エス・エム株式会社内

(72) 発明者 福田 秀明

東京都多摩市永山6丁目23番1 日本エー・エス・エム株式会社内

最終頁に続く

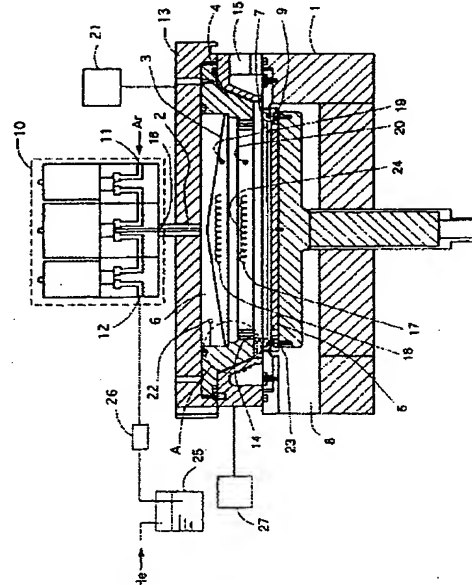
(54) 【発明の名称】 枚葉式CVD装置

(57) 【要約】

【課題】 熱安定性の低い低蒸気圧の液体原料を安定して気化供給することができるCVD装置を与える。

【解決手段】 被処理体上に薄膜を成膜するための枚葉式CVD装置は、反応チャンバと、反応チャンバ内にあって、被処理体を載置するためのサセプタと、サセプタと平行に対向して設置された、被処理体に反応ガスを噴射するためのシャワープレートと、反応チャンバの天井部を貫通して設けられた、液体原料及びキャリアガスを反応チャンバ内に導入するためのオリフィスと、反応チャンバの天井部とシャワープレートとの間の空間内に設けられた、液体原料を蒸発させるための蒸発板手段と、シャワープレート及び蒸発板手段をそれぞれ所定の温度に制御するための温度制御機構と、から成る。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

被処理体上に薄膜を成膜するための枚葉式 C V D 装置であって、  
反応チャンバと、  
前記反応チャンバ内にあって、前記被処理体を載置するためのサセプタと、  
前記サセプタと平行に対向して設置された、前記被処理体に反応ガスを噴射するためのシャワープレートと、  
前記反応チャンバの天井部を貫通して設けられた、液体原料及びキャリアガスを反応チャンバ内に導入するためのオリフィスと、  
前記反応チャンバの天井部と前記シャワープレートとの間の空間内に設けられた、前記液体原料を蒸発させるための蒸発板手段と、  
前記シャワープレート及び前記蒸発板手段をそれぞれ所定の温度に制御するための温度制御機構と、  
から成る装置。

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載の装置であって、前記蒸発板手段の底面積は、前記空間の底面積の 80 % 以上 120 % 以下である、ところの装置。

## 【請求項 3】

請求項 1 に記載の装置であって、前記蒸発板手段の所定の温度は 40℃ 以上 300℃ 以下である、ところの装置。

## 【請求項 4】

請求項 3 に記載の装置であって、前記シャワープレートの所定の温度は、前記蒸発板手段の温度からプラス 50℃ までの範囲である、ところの装置。

## 【請求項 5】

請求項 1 に記載の装置であって、前記温度制御機構は、  
前記蒸発板手段及び前記シャワープレートに近接配置されたひとつ若しくはそれ以上の加熱手段と、  
前記蒸発板手段及び前記シャワープレートに近接配置されたひとつ若しくはそれ以上の冷却手段と、  
前記蒸発板手段及び前記シャワープレートにそれぞれ結合された温度測定手段と、  
前記加熱手段、前記冷却手段及び前記温度測定手段に結合された温度調節手段と、  
から成る、ところの装置。

## 【請求項 6】

請求項 1 に記載の装置であって、前記液体原料は、成膜処理時に用いられる金属錯体原料若しくは固体原料を溶媒に溶かしたものである、ところの装置。

## 【請求項 7】

請求項 1 に記載の装置であって、前記キャリアガスは、不活性ガスである、ところの装置。

## 【請求項 8】

請求項 1 に記載の装置であって、さらに  
前記反応チャンバの天井部と前記蒸発板手段との間の空間の圧力を検知する手段及び前記シャワープレートと前記サセプタとの間の圧力を検知する手段を含む、装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体ウエハを一枚ずつ成膜処理するための枚葉式 C V D (化学気相成長) 装置に関し、特に、液体原料を気化する機構を組み込んだ C V D 装置に関する。

## 【0002】

## 【従来技術及び発明が解決しようとする課題】

近年、半導体装置の高集積化に伴い、従来の高圧ガス材料若しくは比較的蒸気圧の高い液

20

30

40

50

体原料の他に、熱安定性の低い低蒸気圧の液体原料または固体原料が反応材料として使用されるようになってきた。同時に、生産性を向上させるために半導体ウエハの大口径化が進み成膜反応に必要とされる液体原料の気化量が増加している。

#### 【0003】

例えば、Alより電気抵抗の低いCu配線を形成するために用いる液体原料のCu(hfac)tmvs (Hexafluoroacetylacetonatocopper: trimethylvinylsilane adduct)の蒸気圧は0.3mmHg/43℃と低い。直径200mmの半導体ウエハでは1.5g/minの気化量でよいが、より口径の大きい直径300mmの半導体ウエハに対しては3.0g/minの気化量が必要となる。この気化量を得るためには、従来の気化器を8.0℃に加熱しなければならないが、このCu(hfac)tmvsは熱的に不安定であるため40℃以上に加熱すると分解が始まってしまうという問題がある。

10

#### 【0004】

またhigh-Kゲート及びキャパシタンス用の高誘電膜若しくはMRAM等に検討されているHf(ハフニウム)、Sr(ストロンチウム)、Ba(バリウム)等の原料として用いられる塩化物若しくは有機金属錯体は固体である。この場合、固体原料を反応チャンバ内に導入する方法として、固体原料を昇華させてキャリアガスにより供給する方法及び溶媒に固体原料を溶かした液体を気化器により気化させる方法がある。前者は、加熱による固化等により固体原料の表面積が変化し供給量が安定しないという問題を有する。一方、後者は、固体原料と溶媒の気化温度が異なるため溶媒のみ気化し気化器内で固体原料が詰まるという問題を有する。

20

#### 【0005】

さらに、低蒸気圧材料は反応装置外部に設けられた気化器によって気化され、配管及びバルブを通して反応装置内部に運ばれる。従来、配管及びバルブでの圧力損失(コンダクタンスの低下)による液化若しくは固化を防止するために必要以上の気化量を得るべく気化器の温度を上げる必要があった。ここに参考文献として組み込む、特許第3112721号、特開2001-148347号、特開2000-199067号及び特開2001-11634号には、気化器の表面積を増加させることにより液体原料の気化量を増やす技術が開示されている。また、ここに参考文献として組み込む、日本エム・ケー・エス株式会社の荒井真弓氏による、日本工業出版「計測技術」第25巻第12号(日工No. 97. 10. 08. 2000) p. 44~p. 47には、溶媒に溶かした固体原料を気化する方法として高圧送液によって溶媒と固体原料の蒸気圧を近づけて気化する技術が開示されている。

30

#### 【0006】

しかしながら、これらの方法は気化器単体で液体若しくは固体原料を気化していることから反応チャンバまでの配管及びバルブ等の圧力損失の影響を受け、また配管及びバルブの加温状態によって気化状態が左右されるという問題を有する。

#### 【0007】

上記のような問題が生じる他の原料として、TDEAH (Tetrakis-diethylamid-hafnium)、Acac2Ba (Bis-acetylacetonato-barium)、DPM2Ba (Bis-dipivaloylmethanato-barium)、DPM2Ba: (tetraene)n (Bis-dipivaloylmethanato-barium: Tetraethylenpentamine adduct)、DPM3Bi (Tris-dipivaloylmethanato-bismuth)、DPM2Cu (Bis-dipivaloylmethanato-copper)、(hfacCu)2DMVS (Bis-hexafluoroacetylacetonato-copper: Dimethyldivinylsilane adduct)、DPM3Ru (Trisdipivaloylmethanato-ruthenium)、DPM2Sr (Bisdipivaloylmethanato-strontium)、DPM2Sr: (tetraene) (Bisdi

40

50

pivaloylmethanato-strontium:tetraethylenepentamine adduct)、Ta[N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>5</sub>(Pentadiethyramino-tantalum)、PET(Pentaethoxytantalum)、TDEAT(Tetrakis-diethylamino-titanium)、DPM3Y(Trisdipivaloylmethanato-yttrium)等がある。

【0008】

したがって、本発明の目的は、熱安定性の低い低蒸気圧の液体原料若しくは溶媒に溶かした固体原料を安定して気化供給することができるCVD装置を与えることである。

【0009】

本発明の他の目的は、バルブ及び配管での圧力損失を生じることなく、液体原料を低温で気化供給することができるCVD装置を与えることである。

【0010】

本発明の他の目的は、従来の気化器とリアクタとの間に介在したバルブ及び配管を省略することで、部品点数を減らし、装置コストを削減することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明に係る装置は以下の手段から成る。

【0012】

被処理体上に薄膜を成膜するための枚葉式CVD装置は、  
反応チャンバと、  
反応チャンバ内にあって、被処理体を載置するためのサセプタと、  
サセプタと平行に対向して設置された、被処理体に反応ガスを噴射するためのシャワープレートと、  
反応チャンバの天井部を貫通して設けられた、液体原料及びキャリアガスを反応チャンバ内に導入するためのオリフィスと、  
反応チャンバの天井部とシャワープレートとの間の空間内に設けられた、液体原料を蒸発させるための蒸発板手段と、  
シャワープレート及び蒸発板手段をそれぞれ所定の温度に制御するための温度制御機構と  
から成る。

【0013】

好適には蒸発板手段の底面積は、上記空間の底面積の80%以上120%以下である。

【0014】

好適には蒸発板手段の所定の温度は40℃以上300℃以下である。

【0015】

好適にはシャワープレートの所定の温度は、蒸発板手段の温度からプラス50℃までの範囲である。

【0016】

本発明にしたがうCVD装置は、さらに  
反応チャンバの天井部と蒸発板手段との間の空間の圧力を検知する手段及びシャワープレートとサセプタとの間の圧力を検知する手段を含むことができる。

【0017】

【発明の実施の態様】

以下、図面を参照しながら本発明を詳細に説明する。図1は、本発明に係る枚葉式CVD装置の好適実施例を略示したものである。リアクタ1は反応チャンバ7及び基板搬送チャンバ8を含む。リアクタ1内部には半導体ウエハ9を載置するためのサセプタ5が設けられており、該サセプタ5は昇降機構(図示せず)によって上昇及び下降する。好適には、サセプタ5は半導体ウエハ9を加熱する手段を含む。反応チャンバ7の内部には、サセプタ5と平行に対向してシャワープレート4が設置されている。シャワープレート4の表面

10

20

30

40

50

には半導体ウエハ9に材料ガスを噴射するための多数の細孔14が設けられている。また、シャワープレート4の内部には加熱・冷却手段17及びシャワープレート4の温度を測定するための温度測定手段20が与えられる。リアクタ1の側面には排気口15が設けられ、外部の真空ポンプ（図示せず）と接続されている。

#### 【0018】

リアクタ1の天井部であるアッパーボディー13の略中央部には、液体原料及びキャリアガスを反応チャンバ7内部に導入するためのオリフィス2がアッパーボディー13を貫通して与えられる。ここで、液体原料とは、成膜処理時に用いられる液体の金属錯体原料若しくは固体原料を溶媒に溶かしたものである。また、キャリアガスは好適にはArガスであるがHeガス若しくは他の不活性ガスでもよい。

10

#### 【0019】

シャワープレート4とアッパーボディー13との間には空間6が形成され、その空間6の内部に液体原料を蒸発させるための蒸発板3が設けられている。蒸発板3の気化面は好適には円錐面であるが、球面若しくは他の曲面であってもよい。蒸発板3の底面は平坦面であり、その面積は空間6の底面、すなわちシャワープレート4の上端面24の面積の80%以上120%以下である。図2(A)及び(B)は蒸発板3の平面図及び底面図をそれぞれ示したものである。蒸発板3の気化面30の円周部には等間隔に複数の孔32が設けられている。蒸発板3の底面31には同心円状に複数の孔33が設けられている。孔32及び33の数、形状及び配置は任意に選択可能である。図3は図1の部位Aを拡大したものである。蒸発板3は、その底面31の周縁部41がシャワープレート4の段部40と係合することによって、空間6内で担持される。この際、蒸発板3の底面31はシャワープレートの上端面24と平行となり、孔33はシャワープレート4の細孔14の上に位置する。図1に示されるように、蒸発板3の内部には加熱・冷却手段18及び蒸発板3の温度を測定するための温度測定手段19が与えられる。

20

#### 【0020】

シャワープレート4の上流側である空間6内の圧力を検知するための圧力センサ22が空間6内部に与えられる。また、シャワープレート4の下流側である反応チャンバ7内の圧力を検知するための圧力センサ23が反応チャンバ7内に与えられる。好適には、圧力センサ(22, 23)は、リアクタ外部の圧力モニター装置27に接続される。

#### 【0021】

リアクタ1の外部にはバルブユニット10が設けられている。バルブユニット10は2つの吸気口(11, 12)及び1つの排気口16を有する。吸気口11はキャリアガス供給手段（図示せず）と結合され、そこからキャリアガス(Ar)がバルブユニット内に導入される。吸気口12は液体質量流量計26を介して液体原料、例えばCu(hfac)tms（銅含有錯体）を貯留する原料タンク25に結合されている。排気口16はオリフィス2の一端に結合される。

30

#### 【0022】

また、リアクタ1の外部には温度調節手段21が設けられている。該温度調節手段21は、加熱・冷却手段(17, 18)及び温度測定手段(19, 20)と接続され、それらは全体として温度制御機構を構成する。該温度制御機構によって、蒸発板3の温度は好適に40℃～300℃の範囲の所定の温度に制御される。所定の温度は使用する液体原料によって適時決定される。この温度は、特に金属膜成膜及び強誘電体に多用される有機金属錯体の分解温度以下であり且つ成膜反応圧力にて凝縮しない温度以上でなければならない。温度制御機構によって、シャワープレート4の温度は好適には蒸発板3の温度からプラス50℃までの範囲に制御される。成膜条件により気化流量が少ない場合にはシャワープレート4の温度は蒸発板3の温度と等しく制御され、気化流量が多い場合にはシャワープレート4の温度は蒸発板3の温度より高く(max 50℃)制御される。それによって、シャワープレート4内での再液化若しくは再固化が防止される。尚、シャワープレート4の温度を蒸発板3の温度より50℃を超えて設定すると、シャワープレート4において成膜が生じ、その結果半導体ウエハ9への原料供給不足が起こり、メンテナンスサイクルも短

40

50

くなるという問題が生じるので注意する必要がある。

【 0 0 2 3 】

次に、本発明に係る枚葉式 C V D 装置の動作について説明する。ここでは C u 薄膜の成膜反応を例に説明するが、本発明はそれに限定されるものではない。まず、真空排気されたロードロックチャンバ（図示せず）から半導体ウエハ 9 が基板搬送チャンバ 8 内に搬送される。半導体ウエハ 9 がサセプタ 5 上に載置され真空チャック等で固定された後、サセプタ 5 を昇降機構（図示せず）によって反応位置まで上昇させる。バルブユニット 10 の吸気口 11 からオリフィス 2 を介して A r ガス 1 S L M を反応チャンバ 7 内に供給する。温度制御機構によって蒸発板 3 の温度を 6 0 ℃に、シャワープレート 4 の温度を 8 0 ℃にそれぞれ制御する。シャワープレート 4 の細孔 14 から A r ガスが噴射された状態で、半導体ウエハ 9 の温度を 1 5 0 ℃まで加熱する。このときの反応チャンバ 7 内の圧力は A P C（図示せず）により成膜時と同じ 3 T o r r に制御する。この状態で 1 2 0 秒間半導体ウエハ 9 を昇温させる。

10

【 0 0 2 4 】

続いて、原料タンク 25 内の液体原料 C u ( h f a c ) t m v s を液体質量流量計 26 によって 4 g / m i n に流量制御し、バルブユニット 10 の吸気口 12 へ導入する。A r ガスと混合されミスト状になった液体原料がオリフィス 2 から反応チャンバ 7 内に供給される。図 3 に示されるように、室温で供給された液体原料は蒸発板 3 の気化面 30 上を矢印 42 方向へ流れながら気化し、孔 32 及び 33 を通過し、さらにシャワープレート 4 の細孔 14 を通じて半導体ウエハ 9 上へ噴射される。この際、圧力センサ（22, 23）により、シャワープレート 4 の上流側の圧力及び下流側の圧力を検知し、それを圧力モニター装置 27 でモニターすることにより、液体原料が正常に気化しているかどうかを確認することができる。図 4 は、A r ガス及び C u ( h f a c ) t m v s を供給したときのシャワープレート 4 上流側の空間 6 内の圧力 P 1 及びシャワープレート 4 下流側の反応チャンバ 7 内の圧力 P 2 の経時変化を示す。図 4 ( A ) は、液体原料が供給されている間 P 1 及び P 2 が安定しており、液体原料の気化が正常に行われていることを示している。一方、図 4 ( B ) は、液体原料の供給量が適量を超えているため P 1 が安定せず（図中矢印部）、液体原料の気化が正常に行われていないことを示している。この場合、作業者は、液体質量流量計 26 で C u ( h f a c ) t m v s の流量を及び/または温度制御機構で蒸発板 3 の温度を適正な値に修正することで、液体原料の気化を正常化することができる。

20

30

【 0 0 2 5 】

約 1 分間の成膜処理が終了した後、バルブユニット 10 によって C u ( h f a c ) t m v s の供給を停止し、反応チャンバ 7 内の残留ガスを A r ガスによりバージする。その後、バルブユニット 10 によって A r ガスの供給を停止し、反応チャンバ 7 内を真空排気する。つづいて、基板搬送チャンバ 8 内を真空排気し、サセプタ 5 を搬送位置まで下降させる。その後、真空排気されたロードロックチャンバへ処理済みの半導体ウエハ 9 を搬出する。

【 0 0 2 6 】

【効果】

本発明により、熱安定性の低い低蒸気圧の液体原料及び固体原料を安定して気化供給することが可能となった。

40

【 0 0 2 7 】

また本発明により、気化器はリアクタ内部に内設されることから、従来のような気化器とリアクタとの間に介在した配管及びバルブが不要となり、圧力損失分の蒸気圧を補償する必要がなくなるため、低温で気化することが可能となった。その結果、液体材料の分解による気化器内部のつまりが無くなり安定して成膜処理を行うことが可能となった。

【 0 0 2 8 】

さらに本発明により、配管及びバルブが不要となったため部品点数を減らすことができ、装置コストを削減することが可能となった。

【図面の簡単な説明】

50



【図1】図1は、本発明にしたがう枚葉式CVD装置の好適実施例を示す。

【図2】図2は、本発明に従う蒸発板の平面図及び底面図を示す。

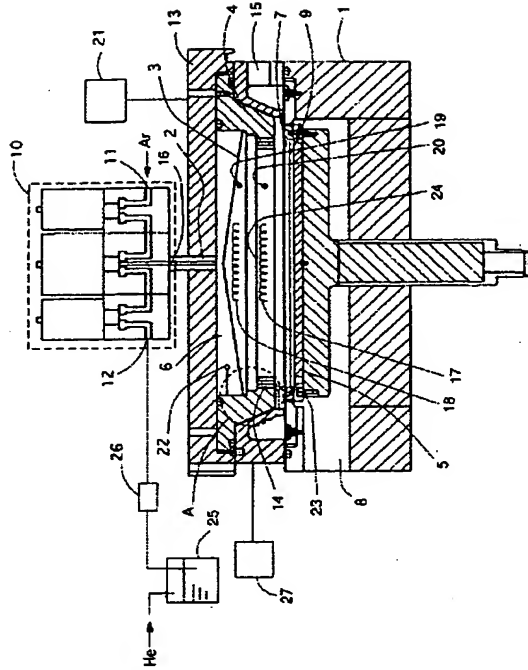
【図3】図3は、図1の部位Aの拡大図であり、液体原料が気化して流れる様子を示す。

【図4】図4は、液体原料及びキャリアガスを供給したときの、シャワープレートの上流側及び下流側の圧力の経時変化を示す。

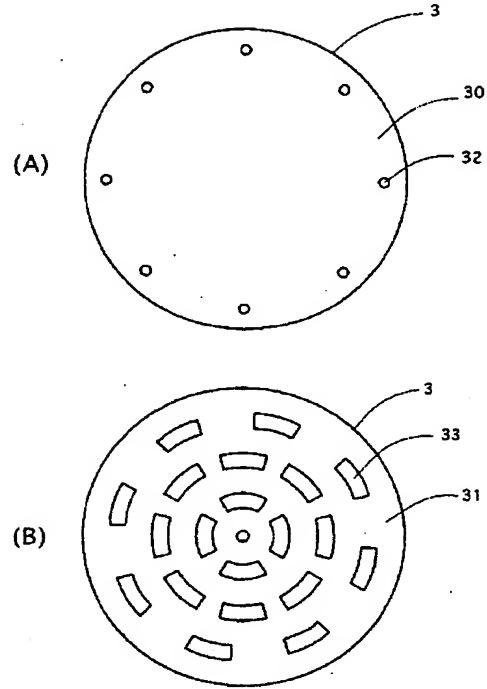
【符号の説明】

1	リアクタ	
2	オリフィス	
3	蒸発板	
4	シャワープレート	10
5	サセプタ	
6	シャワープレートの上流側空間	
7	反応チャンバ	
8	基板搬送チャンバ	
9	半導体ウエハ	
10	バルブユニット	
11	吸気口	
12	吸気口	
13	アッパーボディー	
14	細孔	20
15	排気口	
16	排気口	
17	加熱・冷却手段	
18	加熱・冷却手段	
19	温度測定手段	
20	温度測定手段	
21	温度調節手段	
22	圧力センサ	
23	圧力センサ	
24	シャワープレートの上端面	30
25	原料タンク	
26	液体質量流量計	
27	圧力モニター装置	

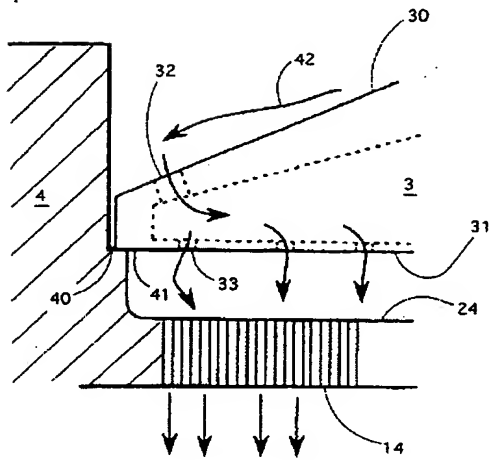
【 図 1 】



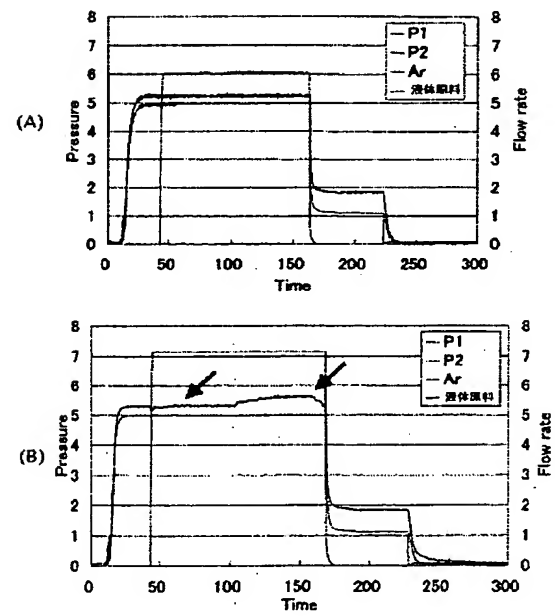
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 金山 博紀

東京都多摩市永山6丁目23番1 日本エー・エス・エム株式会社内

Fターム(参考) 4K030 CA04 CA12 CA17 EA01 EA03 EA05 FA10 GA02 JA10 KA08

KA11 KA22 KA25 LA11 LA15

5F045 AA04 BB08 DP03 EB02 EE02 EF05

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**